

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-178670

(43)Date of publication of application : 11.07.1990

(51)Int.Cl.

G03G 5/06
C07D209/88
C07D307/91
C07D333/76
C07D401/04
C07D405/04

(21)Application number : 63-330983

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 29.12.1988

(72)Inventor : KANAMARU TETSUO
KIKUCHI NORIHIRO
SENOO AKIHIRO
YASHIRO RYOJI

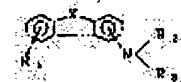
(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve sensitivity, electrophotographic characteristics, and variance between potentials in the light and in the dark and to enhance durability by incorporating a specified substituted compound in a photosensitive layer formed on a conductive substrate in an electrophotographic sensitive body.

CONSTITUTION: The electrophotographic sensitive body is formed by laminating on the conductive substrate the photosensitive layer containing one of the substituted compounds represented by formula I in which X is -O-, -S-, or -NR₄-; R₁ is H, alkyl, such as methyl, alkoxy, such as ethoxy, or halogen, such as F, Cl, or Br, and each of R₂ - R₄ is alkyl, aralkyl, such as benzyl or phenethyl, aryl, such as phenyl, or a heterocyclic group, such as pyridine, thus permitting the obtained electrophotographic sensitive body to be high in sensitivity and small in variance between potentials in the light and in the dark at the time of successive image formation by repeating cycles of electric charging and exposure, and superior in durability.

(1)



(ただし、式中、Xは-O-、-S-または-NR₄-を意味し、R₁はアルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を、R₂、R₃およびR₄はアルキル基、アルコキシ基、アリール基またはヘテロ環基を意味する。)

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A)

平2-178670

⑤ Int. Cl.⁸

G 03 G 5/06
C 07 D 209/88
307/91
333/76
401/04
405/04
G 03 G 5/06

識別記号

3 1 5 B

3 1 5 C

庁内整理番号

6906-2H
7375-4C
7822-4C
7822-4C
6742-4C
6742-4C
6906-2H

⑬ 公開 平成2年(1990)7月11日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全12頁)

⑭ 発明の名称 電子写真感光体

⑰ 特 願 昭63-330983

⑱ 出 願 昭63(1988)12月29日

⑲ 発 明 者	金 丸	哲 郎	東京都大田区下丸子3丁目30番2号	キヤノン株式会社内
⑲ 発 明 者	菊 地	憲 裕	東京都大田区下丸子3丁目30番2号	キヤノン株式会社内
⑲ 発 明 者	妹 尾	章 弘	東京都大田区下丸子3丁目30番2号	キヤノン株式会社内
⑲ 発 明 者	八 代	良 二	東京都大田区下丸子3丁目30番2号	キヤノン株式会社内
⑳ 出 願 人	キヤノン株式会社			東京都大田区下丸子3丁目30番2号
㉑ 代 理 人	弁理士 丸 島 儀一			

明 細 書

の電子写真感光体。

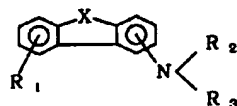
1. 発明の名称

電子写真感光体

2. 特許請求の範囲

(1) 導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において、感光層が下記一般式〔I〕で示される置換アミノ化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

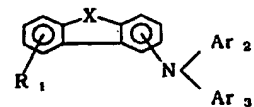
一般式〔I〕



(ただし、式中、Xは-O-、-S-または

$\begin{array}{c} R_4 \\ | \\ -N- \end{array}$ を表わし、 $\begin{array}{c} \text{酸素原子} \\ | \\ R_4 \end{array}$ はアルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表わし、 R_2 、 R_3 および R_4 はアルキル基、アルキル基、アリール基またはヘテロ環基を表わす。)

(2) 前記一般式〔I〕で示される化合物が下記一般式〔II〕で示される特許請求の範囲第1項記載



〔II〕

(ただし、式中、Xおよび R_1 は特許請求の範囲第1項記載の定義と同じである。 Ar_1 および Ar_2 はアリール基を表わす。)

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は電子写真感光体に関し、詳しくは改善された電子写真特性を与える低分子の有機光導電体を有する電子写真感光体に関するものである。

〔従来技術〕

従来、電子写真感光体にはセレン、酸化亜鉛及び硫化カドミウム等の無機光導電性材料が広く使用されているが、近年有機光導電性材料を電子写真感光体として用いる研究が活発に行われて来ている。ここで電子写真感光体に要求される基本的な特性としては、1) 暗所においてコロナ放電等

により適当な電位に帯電されること、2) 暗所における帯電保持率がよいこと、3) 光の照射により速やかに電荷を放電すること、4) 光の照射後の残留電位が少ないこと等が挙げられる。

従来の、セレン、酸化亜鉛及び硫化カドミウム等の無機光電性材料を用いた電子写真感光体は基本的な特性はある程度備えているけれども成膜性が困難である、可撓性が悪い、製造コストが高い、など製造上の問題を抱えている。更に無機光電性材料は一般的に毒性が強く、これらの面からも無機物質から有機物質の感光体への使用が望まれている。一般的に有機系化合物は無機系化合物に比べ軽量で成膜性及び可撓性に優れ、製造コストも低く、更には毒性も弱い等の利点を有しており、近年有機化合物を用いた電子写真感光体が提案され実用化されている。

今まで提案されて~~いた~~有機系の電子写真感光体の代表的なものとしてはポリ-N-ビニルカルバゾールをはじめとする各種の有機光電性ポリマーが提案されて来たが、これらのポリマーは無機系

電荷輸送材料としてはこれ迄多くの有機化合物があげられている。例えば特開昭52-72231号公報のピラゾリン化合物、米国特許842431号公報及び特開昭56-52063号公報のヒドラゾン化合物、特開昭57-196254号公報及び特開昭54-58445号公報のトリフェニルアミン化合物、特開昭54-151955号公報及び特開昭58-198043号公報のスチルベン化合物、特開昭54-150128号公報、特開昭63-58451号公報のカルバゾール化合物や、特開昭54-110835号公報のベンゾチオフェン化合物などが開示されている。

しかし従来の低分子の有機化合物を電荷輸送材料に用いた電子写真感光体では感度、特性が必ずしも十分でなく、また繰り返し帯電及び露光を行った際には明部電位と暗部電位の変動が大きくいまだ改善すべき点がある。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明の目的は先に述べた従来の感光体のもつ種々の欠点を解消した電子写真感光体を提供することにある。

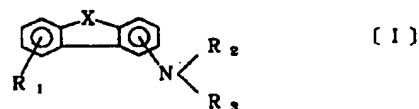
光導電性材料に比べ軽量性、成膜性などの点では優れているが、感度、耐久性、環境変化による安定性及び機械的強度等の点で無機系光導電材料に比べ劣っているため実用化が困難であった。また、米国特許第4150987号公報などに開示のヒドラゾン化合物、米国特許第3837851号公報などに記載のトリアリールピラゾリン化合物、特開昭51-94828号公報、特開昭51-94829号公報などに記載の9-スチリルアントラセン化合物などの低分子の有機光導電体が提案されている。この様な低分子の有機光導電体は、使用するバインダーを適当に選択することによって、有機光導電性ポリマーの分野で問題となっていた成膜性の欠点を解消できる様になったが、感度の点で十分なものとは言えない。

このようなことから、近年感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離させた積層構造体が提案された。この積層構造を感光層とした電子写真感光体は、可視光に対する感度、電荷保持力、表面強度などの点で改善できるようになった。

本発明の他の目的は製造が容易で、且つ比較的安価で耐久性にも優れた新規な有機光導電体を提供することにある。

(問題を解決するための手段)

本発明は導電性支持体上に感光層を有する電子写真感光体において、感光層が下記一般式〔I〕で示される化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体である。



式中、Xは-O-、-S-^{または} N^{R_4} を表わす。R₁は^{水素原子、}アルキル基、~~または~~アルコキシ基、ハロゲン原子を表わし、R₂、R₃およびR₄はアルキル基、アラルキル基、アリール基またはヘテロ環基を表わす。これらの基はいずれも置換基を有してもよく、置換基としては、アルキル基、アルコキシ基等が

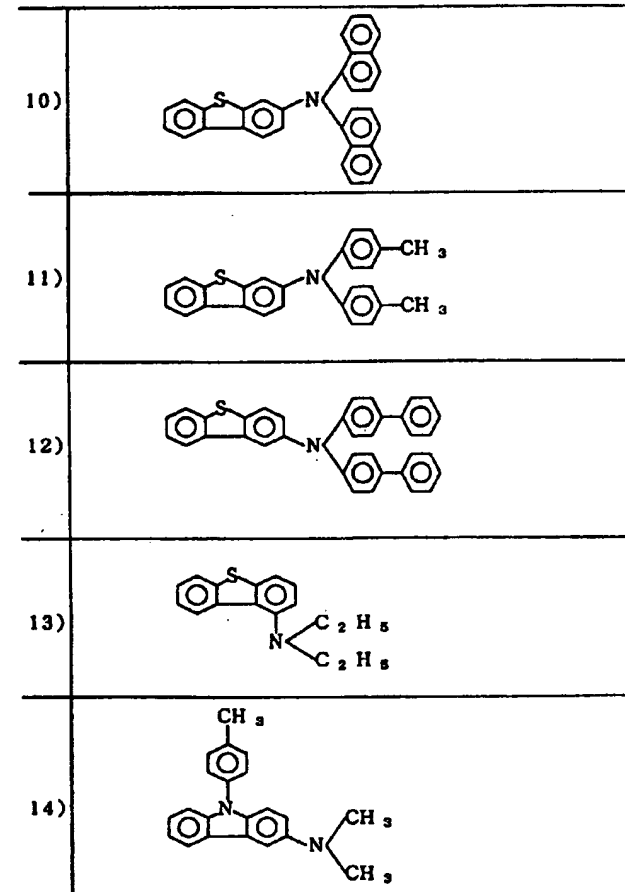
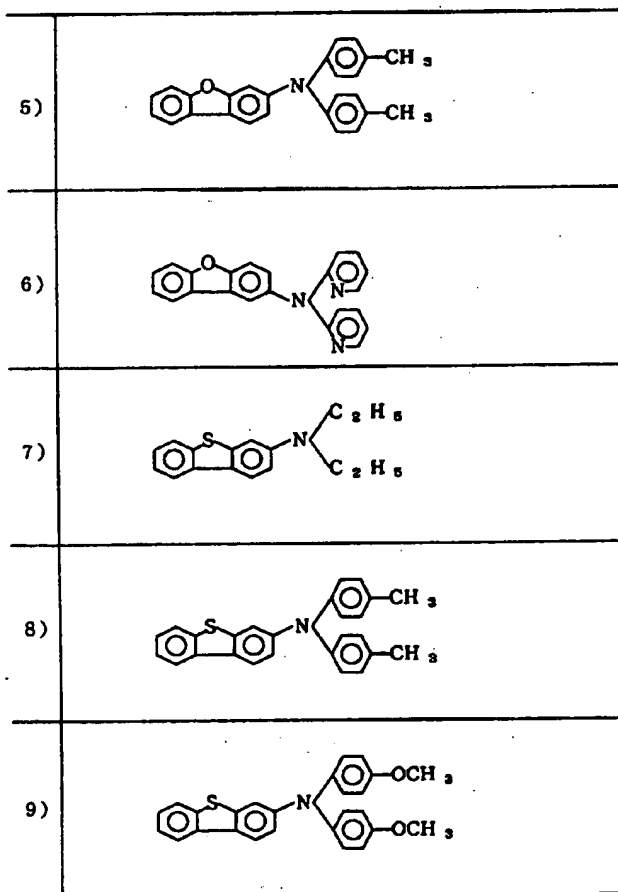
あげられる。

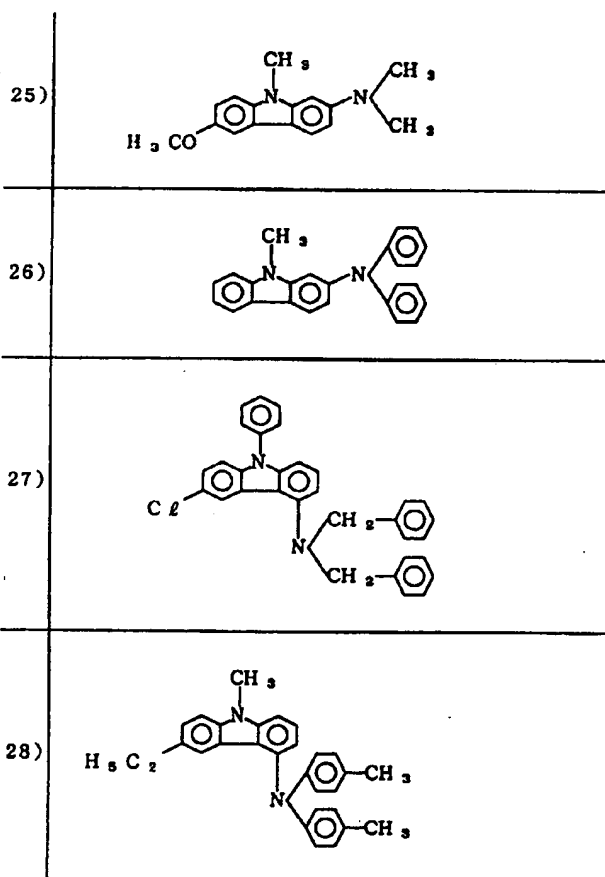
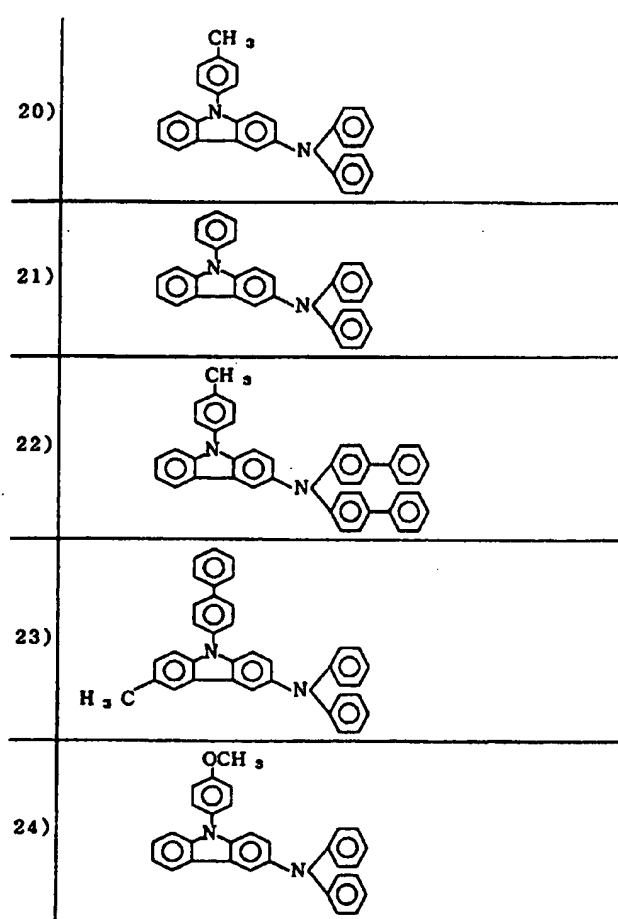
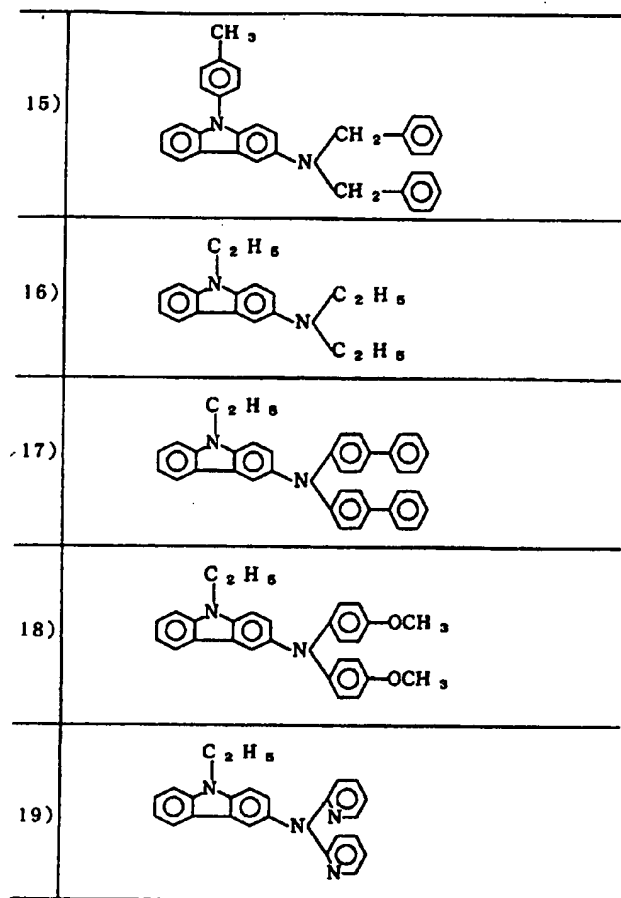
上記アルキル基の具体例としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基等があげられ、アラルキル基の具体例としてはベンジル基、フェネチル基等があげられ、アリール基の具体例としては、ベンゼン環、ナフタレン環、アントラセン環、ビフェニル等があげられ、ヘテロ環基の具体例としては、ピリジン環、キノリン環、チオフェン環等があげられ、アルコキシ基の具体例としては、メトキシ基、エトキシ基等があげられる。ハロゲン原子の具体例としては、フッ素、塩素、臭素等があげられる。

(以下余白)

以下に一般式(1)で示される化合物についてその代表例を挙げる。

<化合物例>





次に前記化合物の合成例を示す。

(化合物例 No. 5 の合成法)

3-アミノベンゾフラン 4.00g (21.86mmol)、
P-ヨードトルエン 14.29g (65.57mmol)、無
水炭酸カリウム 24.13g (174.9mmol)、銅粉
4.00g、ニトロベンゼン 75cc を入れ、マントル
ヒーターで加熱還流下 4 時間反応させた。反応終了
後、内容物を濾過し、濾液からニトロベンゼンを
減圧蒸留で除去し、残留物にメタノールを加え晶
析した。その結晶をメタノールで洗浄した後にシ
リカゲルカラムで分離精製を行い、化合物 No. 5
5.06g (収率 63.6%) を得た。

元素分析

	C (%)	H (%)	N (%)
計算値	85.95	5.79	3.86
実測値	85.99	5.70	3.89

以上の様に本発明の電荷輸送物質は合成法が容
易でかつ安価に合成できることがわかる。

なお、合成例以外の化合物についても、同様な
手法で合成することができる。

本発明の好ましい具体例では、感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離した電子写真感光体の電荷輸送層に含有される電荷輸送物質として前記一般式で示される化合物を用いることができる。

本発明による電荷輸送層は、前記の一般式で示される化合物と結着剤とを適当な溶剤に溶解せしめた溶液を塗布し、乾燥せしめることにより形成させることが好ましい。ここに用いる結着剤としては、例えばポリアリレート樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、アクリロニトリル樹脂、メタクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタンあるいは共重合体樹脂例えばスチレン-ブタジエンコポリマー、スチレン-アクリロニトリルコポリマー、スチレン-マレイン酸コポリマーなどを挙げることができる。また、このような絶縁性ポリマーの他に、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルピレンなどの有機光導電性ポリマーも使用できる。

ノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサソラン、エチレングリコールモノメチルエーテルなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロルエチレンなどの脂肪族ハロゲン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼンなどの芳香族類などを用いることができる。

塗工は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、マイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法などのコーティング法を用いて行なうことができる。乾燥は、室温における指触乾燥後、加熱乾燥する方法が好ましい。加熱乾燥は、一般的には30℃～200℃の温度で5分～2時間の範囲の時間で、静止または送風下で行なうこ

この結着剤と本発明の電荷輸送物質との配合割合は、結着剤100重量部当り電荷輸送物質を10～500重量とすることが好ましい。

電荷輸送層は、下述の電荷発生層と電氣的に接続されており、電界の存在下で電荷発生層から注入された電荷キャリアを受けとるとともに、これらの電荷キャリアを表面まで輸送できる機能を有している。この際、この電荷輸送層は、電荷発生層の上に積層されていてもよく、またその下に積層されていてもよい。しかし、電荷輸送層は、電荷発生層の上に積層されていることが望ましい。この電荷輸送層は、電荷キャリアを輸送できる限界があるので、必要以上に膜厚を厚くすることができない。一般的には、5μm～40μmであるが、好ましい範囲は10μm～30μmである。

このような電荷輸送層を形成する際に用いる有機溶剤は、使用する結着剤の種類によって異なり、又は電荷発生層や下述の下引層を溶解しないものから選択することが好ましい。具体的な有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパ

ンが好ましい。

本発明の電荷輸送層には、種々の添加剤を含有させて用いることもできる。例えば、ジフェニル、m-ターフェニル、ジブチルフタレートなどの可塑剤、シリコンオイル、グラフト型シリコンポリマー、各種フルオロカーボン類などの表面潤滑剤、ジシアノビニル化合物、カルバゾール誘導体などの電位安定剤、β-カロチン、Ni錯体、1,4-ジアザビシクロ[2,2,2]オクタンなどの酸化防止剤などを挙げることができる。

本発明で用いる電荷発生層は、セレン、セレン-テルル、アモルファスシリコン等の無機の電荷発生物質、ピリリウム系染料、チアピリリウム系染料、アズレニウム系染料、チアシアニン系染料、キノシアニン系染料、アズレニウム系染料等のカチオン染料、スクバリリウム塩系染料、フタロシアニン系顔料、アントアントロン系顔料、ジベンズピレンキノン系顔料、ピラントロン系顔料等の多環キノン顔料、インジゴ系顔料、キナクリドン系顔料、アゾ顔料等の有機電荷発生物質から選ばれた材料を単

独ないしは組合わせて用い、蒸発層あるいは塗布層として用いることができる。

本発明に使用される上記電荷発生物質のうち、特にアゾ顔料は多岐にわたっているが、特に効果の高いアゾ顔料の代表的構造例を以下に示す。

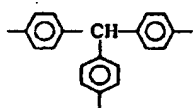
アゾ顔料の一般式として、下記のように中心骨格をA、



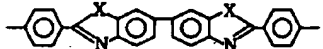
カブラー部分をCpとして表わせば(ここで $n=2$, or 3)、まずAの具体例としては次のようなものが挙げられる。

(以下余白)

A-7

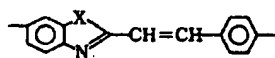


A-8



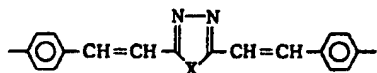
(X: O, S)

A-9



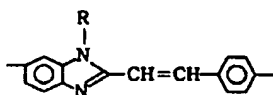
(X: O, S)

A-10



(X: O, S)

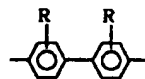
A-11

(R: H, CH₃)

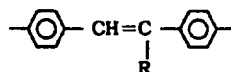
A-12

(X: CH₂, O, S, SO₂)

A-1

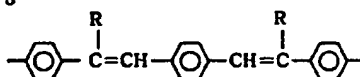
(R: H, C₂H₅, OCH₃)

A-2



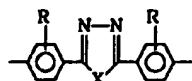
(R: H, CN)

A-3

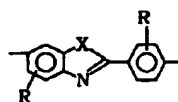


(R: H, CN)

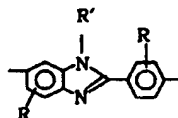
A-4

(X: O, S R: H, CH₃, C₂H₅)

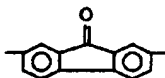
A-5

(X: O, S R: H, CH₃, C₂H₅)

A-6

(R: H, CH₃, C₂H₅, R': H, CH₃, C₆H₅)

A-13



A-14

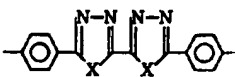


(X: O, S)

A-15

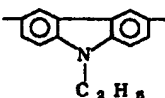


A-16

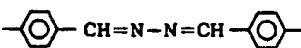


(X: O, S)

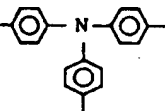
A-17

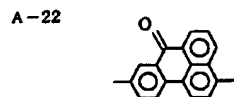
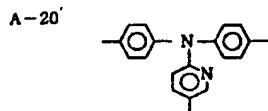


A-18

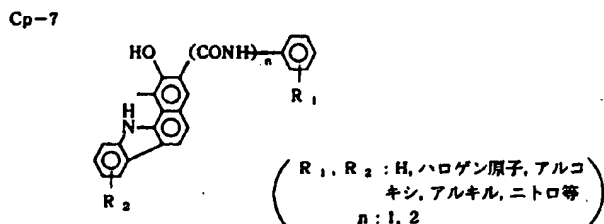
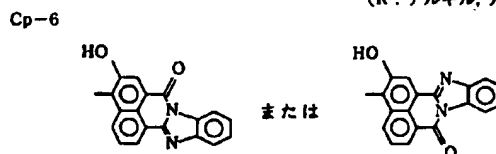
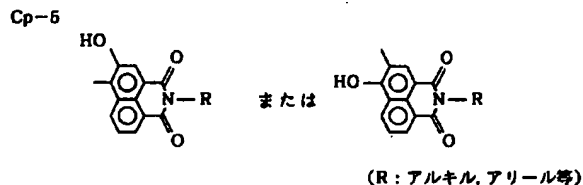
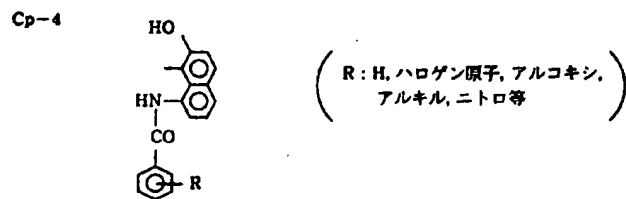
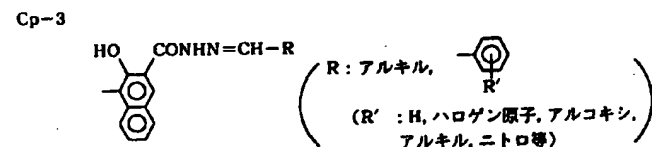
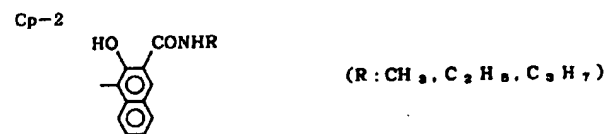
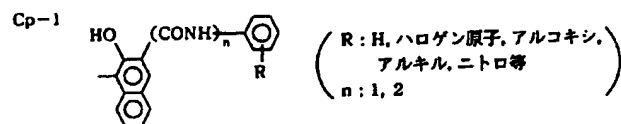


A-19





また、Cp の具体例としては



等が挙げられる。これら中心骨格 A 及びカブラー Cp は適宜組合せにより電荷発生物質となる顔料を形成する。

電荷発生物質は、前述の電荷発生物質を適当な結着剤に分散させ、これを支持体の上に塗工することによって形成でき、また、真空蒸着装置により蒸着膜を形成することによって得ることができる。上記結着剤としては広範な絶縁性樹脂から選択でき、また、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルピレンなどの有機光導電性ポリマーから選択できる。好ましくは、ポリビニルブチラール、ポリアリレート（ビスフェノール A とフタル酸の縮重合体など）、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、ポリ酢酸ビニル、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド樹脂、ポリアミド、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドンなどの絶縁性樹脂を挙げることができる。

電荷発生物質中に含有する樹脂は、80 重量 % 以下、

好ましくは 40 重量 % 以下が適している。塗工の際に用いる有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン類、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサソラン、エチレングリコールモノメチルエーテルなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロロエチレン、四塩化炭素、トリクロロエチレンなどの脂肪族ハロゲン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼンなどの芳香族類などを用いることができる。

電荷発生物質は、十分な吸光度を得るために、できる限り多くの前記有機光導電体含有し、且つ発生した電荷キャリアの寿命内にキャリアを電荷輸送層へ注入するために、薄膜層、例えば 5 μm 以下、好ましくは 0.01 μm ~ 1 μm の膜厚をもつ

薄膜層とすることが好ましい。このことは、入射光量の大部分が電荷発生層で吸収されて、多くの電荷キャリアを生成すること、さらに発生した電荷キャリアを再結合や捕獲（トラップ）により失活することなく電荷輸送層に注入する必要があることに帰因している。

このような電荷発生層と電荷輸送層の積層構造からなる感光層は、導電性支持体の上に設けられる。導電性支持体としては、支持体自体が導電性をもつもの、例えばアルミニウム、アルミニウム合金、銅、亜鉛、ステンレスなどを用いることができ、その他にアルミニウム、アルミニウム合金、酸化インジウム、酸化錫、酸化インジウム-酸化錫合金などを真空蒸着法によって被膜形成された層を有するプラスチック、導電性粒子（例えば、アルミニウム粉末、酸化チタン、酸化錫、酸化亜鉛、カーボンブラック、銀粒子など）を適当なバインダーとともにプラスチック又は前記金属支持体の上に被覆した支持体、導電性粒子をプラスチックや紙に含浸した支持体や導電性ポリマーを有するプラス

チックなどを用いることができる。

導電性支持体と感光層の中間に、バリアー機能と接着機能をもつ下引層を設けることもできる。下引層は、カゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、エチレン-アクリル酸コポリマー、ポリアミド（ナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、共重合ナイロン、アルコキシメチル化ナイロンなど）、ポリウレタン、ゼラチン、酸化アルミニウムなどによって形成できる。

下引層の膜厚は、 $0.1\mu\text{m}$ ～ $5\mu\text{m}$ 、好ましくは $0.5\mu\text{m}$ ～ $3\mu\text{m}$ が適当である。

本発明の別の具体例では、前述のジスアゾ顔料あるいは、米国特許第3554745号、同第3567438号、同第3586500号公報などに開示のビリリウム染料、チアビリリウム染料、セレナビリリウム染料、ベンゾビリリウム染料、ベンゾチアビリリウム染料、ナフトビリリウム染料、ナフトチアビリリウム染料などの光導電性を有する顔料や染料を増感剤としても用いることができる。

また、別の具体例では、米国特許第3684502号

公報などに開示のビリリウム染料とアルキリデンジアリーレン部分を有する電気絶縁重合体との共晶錯体を増感剤として用いることもできる。この共晶錯体は、例えば4-[4-ビス-(2-クロロエチル)アミノフェニル]-2,6-ジフェニルチアビリリウムパークロレートとポリ(4,4'-イソプロピリデンジフェニレンカーボネート)をハロゲン化炭化水素系溶剤（例えばジクロルメタン、クロロホルム、四塩化炭素、1,1-ジクロルエタン、1,2-ジクロルエタン、1,1,2-トリクロルエタン、クロルベンゼン、プロモベンゼン、1,2-ジクロルベンゼン）に溶解した後、これに非極性溶剤（例えば、ヘキサン、オクタン、デカン、2,2,4-トリメチルベンゼン、リグロインを加えることによって粒子状共晶錯体として得られる。この具体例における電子写真感光体には、スチレン-ブタジエンコポリマー、シリコン樹脂、ビニル樹脂、塩化ビニリデン-アクリロニトリルコポリマー、スチレン-アクリロニトリルコポリマー、ビニルアセテート-塩化ビニルコポリマー、ポリビニル

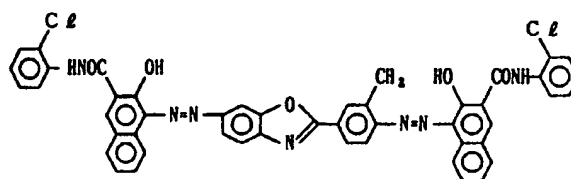
ブチラール、ポリメチルメタクリレート、ポリ-N-ブチルメタクリレート、ポリエステル類、セルロースエステル類などを結着剤として含有することができる。

本発明の電子写真感光体は、電子写真複写機に利用するのみならず、レーザープリンター、CRTプリンター、電子写真式製版システムなどの電子写真応用分野にも広く用いることができる。

以下、本発明を実施例に従って説明する。

実施例1

下記構造式



で示されるジスアゾ顔料5gをブチラール樹脂（ブチラール化度63モル%）2gをシクロヘキサノン100mlに溶解した液とともにサンドミルで24時

間分散し塗工液を調製した。

この塗工液をアルミシート上に乾燥膜厚が $0.2\mu\text{m}$ となる様にマイヤーバーで塗布し電荷発生層を作製した。

次に電荷輸送物質として前記例示化合物No(16) 10gとポリカーボネート樹脂(重量平均分子量20000) 10gをモノクロルベンゼン70gに溶解し、この液を先の電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し乾燥膜厚が $20\mu\text{m}$ の電荷輸送層を設け積層の電子写真感光体を作製した。

この様にして作製した電子写真感光体を川口電機(株)製静電複写紙試験装置 Model-SP-428 を用いてスタチック方式で -5KV でコロナ帯電し、暗所で1秒間保持した後、照度 20lux で露光し帯電特性を調べた。

帯電特性としては、表面電位(V_0)と1秒間暗減衰させた時の電位(V_1)を $\frac{1}{2}$ に減衰するに必要な露光量($E\frac{1}{2}$)を測定した。

さらに、繰り返し使用した時の明部電位と暗部電位の変動を測定するために、本実施例で作製し

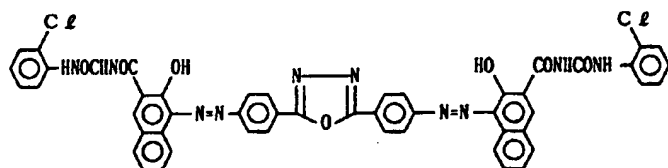
た感光体をPPC複写機(NP-3525:キヤノン製)の感光ドラム用シリンダーに貼り付けて、同機で5000枚複写を行ない、初期と5000枚複写後の明部電位(V_L)及び暗部電位(V_D)の変動を測定した。なお、初期の V_D と V_L は各々 -700V 、 -200V となる様に設定した。その結果を以下に示す。

第 1 表

	V_0 (V)	V_1 (V)	$E\frac{1}{2}$ (lux·sec)	初期電位 (V)	5000枚耐久後 電位(V)
実施例1	-735	-712	1.2	V_D -700	-687
				V_L -200	-219

実施例2~10、比較例1~3

この各実施例においては、前記実施例1で用いた電荷輸送物質として例示化合物No(16)の代りに例示化合物No(3),(8),(9),(12),(14),(15),(20),(21),(23)を用い、かつ電荷発生物質として下記構造式



の顔料を用いたほかは、実施例1と同様の方法によって電子写真感光体を作製した。

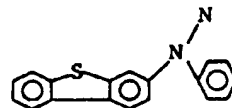
各感光体の電子写真特性を実施例1と同様の方法によって測定した。

また比較のために、下記構造式の化合物を電荷輸送物質として用いたほかは実施例1と同様の方法によって、電子写真感光体を作製し、電子写真特性を測定した。それぞれの結果を以下に示す。

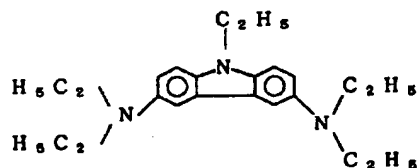
(以下余白)

比較化合物

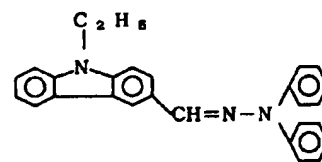
1.



2.



3.



(以下余白)

第 2 表

実 施 例	例示化合物No	V_o (V)	V_L (V)	$E\frac{1}{2}$ (lux·sec)	初 期 電 位		5000 枚耐久後電位	
					V_o (V)	V_L (V)	V_o (V)	V_L (V)
2	(3)	-715	-702	2.3	-700	-200	-685	-236
3	(8)	-705	-701	1.1	-700	-200	-681	-214
4	(9)	-721	-718	1.3	-700	-200	-689	-218
5	(12)	-709	-701	1.2	-700	-200	-685	-209
6	(14)	-695	-686	2.5	-700	-200	-690	-233
7	(15)	-699	-681	1.8	-700	-200	-693	-240
8	(20)	-734	-721	0.9	-700	-200	-692	-204
9	(21)	-710	-695	0.8	-700	-200	-684	-212
10	(23)	-685	-681	0.9	-700	-200	-689	-224

第 3 表

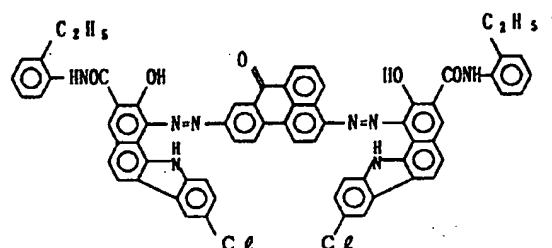
比 較 例	比較化合物No	V_o (V)	V_L (V)	$E\frac{1}{2}$ (lux·sec)	初 期 電 位		5000 枚耐久後電位	
					V_o (V)	V_L (V)	V_o (V)	V_L (V)
1	1	-700	-695	5.2	-700	-200	612	262
2	2	-701	-695	6.1	-700	-200	-670	-310
3	3	-700	-691	2.9	-700	-200	-640	-287

第1表～第3表より明らかに、本発明の化合物を用いた感光体は比較例に比べて良好な感度を有し、耐久時の電位変動も少ないことがわかる。

実施例11

アルミ基板上にメトキシメチル化ナイロン樹脂(数平均分子量32000)5gとアルコール可溶性共重合ナイロン樹脂(数平均分子量29000)10gをメタノール95gに溶解した液をマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚が1 μ mの下引き層を設けた。

次に下記構造式



で示される電荷発生物質10g、ブチラル樹脂(ブチラル化度63モル%)5gとジオキサソ200gを、ボールミル分散機で48時間分散を行った。こ

$$V_0 : -716V$$

$$V_1 : -708V$$

$$E_{1/2} : 0.6 \mu J/cm^2$$

次に同上の半導体レーザーを備えた反転現像方式の電子写真方式プリンターであるレーザービームプリンター(LBP-CX:キヤノン製)に上記感光体をセットし、実際の画像形成テストを用いた。条件は以下の通りである。一次帯電後の表面電位:-700V、像露光後の表面電位:-150V(露光量 $2.0 \mu J/cm^2$)、転写電位:+700V、現像剤極性:負極性、プロセススピード:50mm/sec、現像条件(現像バイアス):-450V、像露光スキャン方式:イメージスキャン、一次帯電前露光:50 lux \cdot secの赤色全面露光、画像形成はレーザービームを文字信号及び画像信号に従ってラインスキャンして行ったが、文字、画像共に良好なプリントが得られた。更に、連続3000枚の画出しを行ったところ初期から3000枚まで安定した良好なプリントが得られた。

の分散液を先に製造した下引層の上にブレードコーティング法により塗布し、乾燥後の膜厚が0.15 μ mの電荷発生層を作製した。

次に前記例示化合物No.(22)10g、ポリメチルメタクリレート樹脂(重量平均分子量50,000)10gをモノクロルベンゼン70gに溶解し、先に形成した電荷発生層の上にブレードコーティング法により塗布し、乾燥後の膜厚が19 μ mの電荷輸送層を作製した。

こうして作製した感光体に-5KVのコロナ放電を行なった。この時の表面電位を測定した(初期電位 V_0)。さらに、この感光体を1秒間暗所で放置した後の表面電位を測定した。感度は、暗減衰した後の電位 V_1 を $1/2$ に減衰するに必要な露光量($E_{1/2}$, $\mu J/cm^2$)を測定することによって評価した。この際、光源としてガリウム/アルミニウム/ヒ素の三元系半導体レーザー(出力:5mW;発振波長780nm)を用いた。これらの結果は、次のとおりであった。

実施例12

チタニルオキシフタロシアニン10gをジオキサソ485gにフェノキシ樹脂5gを溶かした液に加えてボールミルで2時間分散した。この分散液をアルミシート上にマイヤーバーで塗布し、80℃で2時間乾燥させ、0.5 μ mの電荷発生層を作製した。次に前記例示化合物No.(24)10g、ビスフェノールZ型ポリカーボネート樹脂(重量平均分子量50000)10gをモノクロルベンゼン70gに溶解した液を、先に形成した電荷発生層の上にマイヤーバーで塗布し、110℃で1時間乾燥させ、19 μ mの電荷輸送層を作製した。このようにして作製した感光体を実施例11と同様な方法で測定した。この結果を次に示す。

$$V_0 : -741V$$

$$V_1 : -719V$$

$$E_{1/2} : 0.8 \mu J/cm^2$$

実施例13

4-(4-ジメチルアミノフェニル)-2,6-ジフェニルチアピリリウムパークロレート3gと電荷

輸送物質として例示化合物 No.(18) を 5g、ポリエステル樹脂（重量平均分子量 49000）のトルエン（50重量部）－ジオキサン（50重量部）溶液 100g に混合し、ボールミルで 6 時間分散した。この分散液をアルミシート上にマイヤーバーで塗布し、100℃ で 2 時間乾燥させ、15 μ m の感光層を作製した。この様に作製した感光体を実施例 1 と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

V_0 : -702V

V_1 : -689V

$E_{1/2}$: 2.9 lux·sec

〔初期〕

V_D : -700V

V_L : -200V

〔5000 枚耐久後〕

V_D : -681V

V_L : -216V

実施例 14

アルミ板上にカゼインのアンモニア水溶液（カゼイン 11.2g、28% アンモニア水 1g、水 222ml）

サンドミルで 20 時間分散した。次いで電荷輸送物質として例示化合物 No.(11) 5g とビスフェノール Z 型ポリカーボネート樹脂（重量平均分子量 50,000）10g をモノクロルベンゼン 30ml に溶した液を先に作成した分散液に加え、サンドミルでさらに 2 時間分散した。この分散液を先に形成した下引層上に乾燥後の膜厚が 20 μ m となるようにマイヤーバーで塗布し乾燥した。このように作製した感光体の電子写真特性を実施例 1 と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

V_0 : -736V

V_1 : -709V

$E_{1/2}$: 3.1 lux·sec

〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明による置換アミノ化合物を含有する電子写真感光体は高感度であり、また繰返し帯電・露光による連続画像形成に際して明部電位と暗部電位の変動が小さい耐久性に優れた電子写真感光体を提供できるものである。

をマイヤーバーで塗布し、乾燥膜厚が 1 μ m の下引層を形成した。その上に実施例 10 の電荷輸送層及び電荷発生層を順次積層し、層構成を異にする以外は実施例 1 と同様にして感光体を作製し、実施例 1 と同様に帯電特性を測定した。ただし、帯電極性を \oplus とした。この結果を以下に示す。

V_0 : \oplus 701V

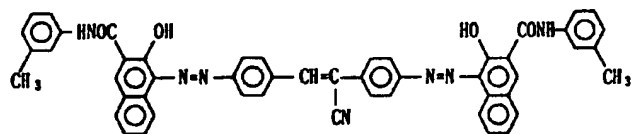
V_1 : \oplus 675V

$E_{1/2}$: 2.8 lux·sec

実施例 15

アルミ板上に可溶性ナイロン（6-66-610-12 四元ナイロン共重合体）の 5% メタノール溶液を塗布し、乾燥膜厚が 0.5 μ m の下引層を作製した。

次に下記構造式



で示される顔料 5g をテトラヒドロフラン 95ml 中

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.